Expanding dental model material		
Patent Number:	□ <u>US2004104495</u>	
Publication date:	2004-06-03	
Inventor(s):	LAUBERSHEIMER JURGEN [DE]	
Applicant(s):		
Requested Patent:	□ <u>DE10115820</u>	
Application Number:	US20030472561 20030923	
Priority Number (s):	DE20011015820 20010326; WO2001EP13640 20011123	
IPC Classification:	A61C13/00	
EC Classification:	A61C13/00C, A61K6/027B, C04B12/04, C04B28/14, C25D1/14	
Equivalents:	☐ <u>EP1372520</u> (WO02076325), ☐ <u>EP1372521</u> (WO02076321), <u>A3</u> , JP2004525700T, / JP2004532062T, ☐ <u>US2004113301</u> , ☐ <u>WO02076321</u> , ☐ <u>WO02076325</u>	
Abstract		
The invention describes a model material for dental purposes which has a linear expansion on setting or curing of at least 0.5%, preferably at least 1%. The model material is preferably a dental plaster which has a relatively high volume expansion on setting compared to dental plasters customary hitherto as a result of the use of appropriate additives and/or make-up liquids. The use of these model materials for producing working models enables the sintering shrinkage occurring during sintering to be compensated for in the production of full-ceramic shaped dental parts.		
Data supplied from the esp@cenet database - I2		

(9) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND** 

# offenlegungsschrift <sup>®</sup> DE 101 15 820 A 1

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>: A 61 C 13/20



**DEUTSCHES PATENT- UND** MARKENAMT

- (1) Aktenzeichen: 101 15 820.3 22) Anmeldetag: 26. 3. 2001 (4) Offenlegungstag:
  - 17. 10. 2002

(71) Anmelder:

Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, 75179 Pforzheim, DE

(14) Vertreter:

Patentanwälte Ruff, Wilhelm, Beier, Dauster & Partner, 70174 Stuttgart

② Erfinder:

Laubersheimer, Jürgen, Dr., 76307 Karlsbad, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE	198 16 546 C1
DE	38 39 088 C2
DE	199 42 459 A1
DE-	199 38 463 A1
DE	100 21 437 A1
DE	27 05 770 A1

## Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(A) Verfahren zur Herstellung vollkeramischer Dentalformteile

Bei einem Verfahren zur Herstellung vollkeramischer Dentalformteile wie Kronen, Brücken o. dgl. wird eine Suspension keramischer Partikel auf ein Modell der Grundstruktur, für die das Dentalformteil vorgesehen ist, aufgebracht. Der so erhaltene keramische Grünkörper wird, ggf. nach Entfernen von dem Modell, gesintert. Die Abmessungen des Modells sind so gewählt, daß der beim Sintern des Grünkörpers eintretende Sinterschrumpf kompensiert wird. Auf diese Weise wird die gewünschte Passung zwischen Dentalformteil und Grundstruktur erreicht. Das Aufbringen der keramischen Suspension auf das Modell erfolgt vorzugswise durch elektrophoretische Abscheidung.

#### Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung vollkeramischer Dentalformteile wie Kronen, Brücken oder dergleichen sowie ein mit diesem Verfahren herstellbares vollkeramisches Dentalformteil.

[0002] Schon immer war Keramik oder "Porzellan" ein attraktiver Werkstoff, um Zähne mit sehr zahnähnlichem Aussehen in Form und Farbe nachzubilden. Keramik ist ein chemisch beständiger, korrosionsfester und biokompatibler 10 Werkstoff, der zudem noch in schier unendlicher Menge in mineralischer Form verfügbar und somit preiswert ist. Aus diesem Werkstoff ist mit zahntechnischen Mitteln individueller Zahnersatz einfach und reproduzierbar herzustellen, so daß der Durchbruch des Werkstoffes. "Dentalkeramik" ein 15 getreten ist

[0003] Um die einzige Schwäche dieses Werkstoffes, die Sprödigkeit, zu umgehen, wird zahntechnisch gefertigter Zahnersatz in der Regel schon seit langem als klassischer Werkstoff-Verbund hergestellt, z. B. als sogenannte Metallkeramik. Eine metallkeramische Krone oder Brücke besteht aus einem metallischen Gerüst bzw. Unterbau und einer der Zahnform nachempfundenen sogenannten Verblendung aus Dentalkeramik. Der Unterbau wird beim Einsetzen des Zahnersatzes direkt auf dem nach der zahnärztlichen Präpa- 25 ration verbleibenden Restzahn befestigt und wird oft als (Schutz-)Käppchen bezeichnet. Je nachdem, aus welchem Metall bzw. aus welcher Legierung die Käppchen bestehen und je nach Herstellungsverfahren (Giessen, Galvano-forming-Verfahren, d. h. galvanische Abscheidung), können 30 Probleme in Form von Korrosion und daraus resultierende Verfärbungen, Körperunverträglichkeiten u. a. m. entstehen. Deshalb wurden in den letzten Jahren zunehmend Systeme entwickelt, die vergleichbare Unterkonstruktion aus keramischen Materialien herstellen und zahntechnisch weiterverar- 35 beiten können.

[0004] Es gibt bereits mehrere funktionierende Systeme auf dem Dentalmarkt. So werden die Keramik-Käppchen beispielsweise durch manuelles Auftragen eines Schlickers auf einen Modellstumpf, anschließendem Sinterbrand sowie nachfolgender Infiltration mit Spezialglas (VTIA In-Ceram) oder durch einen Pressvorgang unter Temperatureinwirkung (Empress, Fa. IVO-CLAR) hergestellt. Es gibt auch Systeme, bei denen die Käppchen aus vorgesinterten Keramikblöcken digital gefräst werden (DCS-System, CEREC usw.) Allen solchen sogenannten Vollkeramik-Systemen is jedoch gemeinsam, daß sie die Passgenauigkeit metallischer Käppchen auf dem Restzahn, ob letztere nun gegossen sind oder durch galvanische Prozesse entstehen, in der Regel nicht erreichen. Zudem sind diese Systeme in der Anschaffung meist sehr teuer.

[0005] Die mangelnde Passgenauigkeit existierender Vollkeramik-Systeme ergibt sich durch die verwendeten Formgebungsverfahren. Bei der Herstellung metallischer Käppchen wird gegossen oder galvanisiert, so daß sich das Metall in geschmolzener bzw. gelöster Form optimal der Stumpfgeometrie anpassen kann. Dagegen muß z. B. bei CAD-CAM-gestützten Vollkeramikverfahren nach einem digital aufgenommenen Datensatz aus festem Material spanabhebend gefräst werden. Das Scannen des Zahnstumpfes und das Fräsen enthalten, je nach der digitalen Auflösung der Systemkomponenten, bereits Ungenauigkeiten.

[0006] Eine weitere grundsätzliche Schwierigkeit bei allen existierenden oder zukünftigen Systemen zur Herstellung vollkeramischen Zahnersatzes hinsichtlich der Passge- 65 nauigkeit der fertigen Teile ist der keramische Schrumpf, also die mit dem verdichtenden Sinterprozess einhergehende Volumenschwindung keramischer Formteile. Dieser

Sinterschrumpf lässt sich zwar innerhalb gewisser Grenzen reduzieren, aber nicht völlig vermeiden. Deshalb wird der mit dem Sinterschritt verbundene Sinterschrumpf beispielsweise indirekt dadurch vermieden, daß man bereits gesinterte Keramik (CADCAM-Verfahren, s. o.) verarbeitet oder versucht, auf andere Art und Weise ein porenfreies Feststoffgefüge zu erreichen (Glasinfiltration der weichen, porösen Keramik-Käppchen beim InCeram-Verfahren, s. o.).

[0007] Die Erfindung stellt sich die Aufgabe, die beschriebenen und weitere Nachteile des Standes der Technik zu vermeiden. Es soll ein neues Verfahren zur Herstellung vollkeramischer Dentalformteile bereitgestellt werden, bei dem die erhaltenen Formteile eine hohe, vorzugsweise höhere Passgenauigkeit mit den Grundstrukturen, für die sie vorgesehen sind, aufweisen.

[0008] Diese Aufgabe wird gelöst durch das Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1. Bevorzugte Ausführungsformen dieses Verfahrens sind in den abhängigen Ansprüchen 2 bis 15 dargestellt. Der Wortlaut sämtlicher Ansprüche wird hiermit durch Bezugnahme zum Inhalt dieser Beschreibung gemacht.

[0009] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Suspension keramischer Partikel auf ein Modell der Grundstruktur, für die das Dentalformteil vorgesehen ist, also üblicherweise des Zahnstumpfes oder der Zahnstümpfe, aufgebracht. Der dadurch erhaltene keramische Grünkörper wird gesintert, wobei dieser Grünkörper beim Sinterschritt entweder auf dem Modell verbleiben kann oder vorher von diesem Modell entfernt wird. Erfindungsgemäß sind die Abmessungen des Modell dabei so gewählt, daß der beim Sintern des Grünkörpers eintretende Sinterschrumpf kompensient wird. Durch diese Maßnahme wird die gewünschte genaue Passung zwischen (gesintertem) Dentalformteil und Grundstruktur erreicht.

[0010] Für die weitere Erläuterung des Erfindung sei hier kurz die Herstellung und Weiterverarbeitung zahntechnischer Modelle erläutert. Der Zahn oder die Zähne, die mit dem Dentalformteil versehen werden sollen, werden vom Zahnarzt in entsprechender Weise präpariert. Von dieser Mundsituation entnimmt der Zahnarzt einen Abdruck mit Hilfe eines aushärtenden Elastomermaterials. Hier kann es sich beispielsweise um einen Silikonkunststoff handeln. Der so erhaltene Abdruck stellt ein Negativmodell der vom Zahnarzt vorgenommenen Präparation dar. Dieser Abdruck, d. h. das Negativmodell wird dem Zahntechniker übergeben, der diesen Abdruck mit Hilfe eines geeigneten Modellmaterials, meist Dentalgips, ausgiesst. Nach dem Abbinden des Gipses entsteht ein Positivmodell, das sogenannte Meistermodell, welches der Präparation des Zahnarztes exakt entspricht. Dieses Meistermodell wird üblicherweise als Vorlage zurückbehalten. Es wird dazu verwendet, ein oder mehrere Arbeitsmodelle herzustellen, die dann weiterverarbeitet werden. Die Herstellung des Arbeitsmodells erfolgt durch Duplieren, d. h. mit Hilfe eines Dupliermaterials, beispielsweise Silikonkunststoff, wird ein Negativmodell hergestellt, das dann wiederum mit Gips ausgegossen wird. Auf diese Weise wird ein weiteres Positivmodell, nämlich das Arbeitsmodell erstellt.

[0011] Im Sinne der obigen Erläuterung kann es sich bei dem gemäß Hauptanspruch verwendeten Modell je nach Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens um ein Positivmodell oder Negativmodell handeln. Dies wird im folgenden noch erläutert.

[0012] Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird die Suspension keramischer Partikel, der sogenannte keramische Schlicker üblicherweise auf ein Positivmodell der Grundstruktur, d. h. im Normalfall auf ein Arbeitsmodell aufgebracht. Bei bevorzugten Ausführungsfornen der Erfindung weist dieses Positivmodell/Arbeitsmodell größere Abmessungen/Dimensionen auf als die Grünstruktur. Durch diese größeren Abmessungen wird der im Sinterschritt eintretende Sinterschrumpf bereits vorab kompensiert. Nach Abschluß des Sinterschritts wird dementsprechend ein Dentalformteil, beispielsweise ein Vollkeramik-Käppchen erhalten, das exakt auf die Grundstruktur, d. h. beispielsweise den präparierten Zahnstumpf passt.

[0013] Die größeren Abmessungen des Positivmodells können auf unterschiedliche Weise erreicht werden. So ist es insbesondere möglich, das Positivmodell aus einem Material herzustellen, das eine ausreichende und gegebenenfalls exakt eingestellte Abbindeexpansion aufweist. So liegen übliche Volumenexpansionen von Dentalgipsen im Bereich von weniger als 0,1% bis etwa 0,5%. Erfindungsgemäß ist 15 es dementsprechend möglich, Materialien, insbesondere auf Basis von Gips zu verwenden, die beim Abbinden Volumenausdehnungen zwischen 1% und 25%, vorzugsweise zwischen 3% und 10% besitzen.

[0014] Bei weiteren bevorzugten Ausführungsformen des 20 erfindungsgemäßen Verfahrens kann ein Negativmodell, mit dessen Hilfe ein Positivmodell/Arbeitsmodell hergestellt wird, größere Abmessungen als die Grundstruktur besitzen. Insbesondere kann es sich bei dem Negativmodell um den beim Duplierschritt hergestellten Abdruck des Meistermo- 25 dells handeln.

[0015] Auch bei den zuletzt beschriebenen Ausführungsformen können die größeren Abmessungen/Dimensionen des Negativmodells grundsätzlich auf verschiedene Weise bereitgestellt werden. Insbesondere wird zur Herstellung 30 des Negativmodells ein Material, insbesondere elastisches Kunststoffmaterial verwendet, das eine ausreichende Abbindeexpansion oder sogar einen Abbindeschrumpf aufweist. Es ist auch möglich, ein Material nach dem Abbinden nachträglich zu expandieren, beispielsweise durch Quellung 35 in einem Lösungsmittel. Es ist bevorzugt, wenn die Volumenänderung des Materials zwischen 1% und 25%, insbesondere zwischen 3% und 10% beträgt.

[0016] Bei allen beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen können die jeweiligen Schritte zur Herstellung 40 des Positivmodells oder Negativmodells mehrmalig durchgeführt werden. Auf diese Weise kann man sich den gewünschten größeren Abmessungen zur Kompensation des Sinterschrumpfs sukzessive annähern oder gegebenenfalls sogar verschiedene vollkeramische Formteile erstellen und 45 deren Passung mit der Grundstruktur testen.

[0017] Für den Fall, daß das Formteil im Mund unlösbar mit der Grundstruktur verbunden werden soll (nicht-herausnehmbarer Zahnersatz) kann bei Herstellung des Positivmodells oder des Negativinodells mit den größeren Abmessun- 50 gen auch die Schichtdicke des Klebers oder Zahnzements, die beim Einbringen des Formteils in den Mund notwendig sind, berücksichtigt werden. Dies ist selbstverständlich im Falle von herausnehmbarem Zahnersatz nicht erforderlich. [0018] Weiter ist es erfindungsgemäß möglich, das Posi- 55 tivmodell oder auch das Negativmodell mit den entsprechenden größeren Abmessungen aus Vollmaterial herauszuarbeiten. Dies kann vorzugsweise durch das sogenannte CADCAM-Fräsen erfolgen. In diesen Fällen wird das überdimensionierte Arbeitsmodell oder der überdimensionierte 60 Duplierabdurck durch digitales Scannen der Originalsituation, durch rechnerisches Bearbeiten des erhaltenen Datensatzes unter Einbringung eines Korrekturfaktors für den zu erwartenden Sinterschrumpf und anschließende digital unterstützte Herstellung des Modells bereitgestellt.

[0019] Eine weitere bevorzugte Möglichkeit zur Herstellung des Positivmodells/Negativmodells mit den entsprechenden größeren Abmessungen ist das sogenannte Rapid

Prototyping. Bei diesem grundsätzlich bekannten Verfahren wird vorzugsweise eine Kunststoffmonomerlösung mit Laserlicht polymerisiert und zwar exakt in der vorgegebenen Form, die in ganz ähnlicher Weise wie oben beschrieben digital erfasst ist.

[0020] Bei weiteren bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung wird die keramische Suspension durch elektrophoretische Abscheidung auf das Modell, üblicherweise auf das Positivmodell aufgebracht. Die Grundlagen und die Durchführung einer solchen elektrophoretischen Abscheidung sind dem Fachmann bekannt. Dabei wird in Flüssigkeit dispergiertes, in diesem Fall keramisches Pulver, mit Hilfe eines elektrischen Feldes auf dem Modell als bereits vorverdichtete Schicht abgeschieden. Der auf diese Weise erhaltene keramische Körper, der sogenannte Grünkörper, wird, gegebenenfalls nach Trocknung und Entformung vom Modell, gesintert.

[0021] Bei der elektrophoretischen Formgebung wird das Modell der Mundsituation, das elektrisch z. B. mit Leitsilberlack kontaktiert ist, als Elektrode in einen Stormkreis geschalten. Als Gegenelektrode dient eine Pt-Elektrode, deren Form je nach Form des Modells variiert werden kann, um ein hohes homogenes elektrisches Feld für das gesamte Modell zu erreichen.

[0022] Die Abscheidung mit dem hergestellten Schlieker auf das Arbeitsmodell erfolgt bei konstant gehaltener Spannung bzw. bei konstant gehaltenem Strom über einen Zeitraum von 1 bis 60 Minuten. Typische Werte für die Abscheidespannung bzw. Abscheideströme liegen zwischen 1 und 100 V bzw. zwischen 0 und 500 mA. Die bei Verwendung der elektrophoretischen Abscheidung erhaltenen Gründichten sind üblicherweise größer als 70%, vorzugsweise größer als 80% der theoretischen Dichte. Die elektrophoretische Abscheidung kann gegebenenfalls automatisiert mit Hilfe eines entsprechenden Geräts erfolgen.

[0023] Die erfindungsgemäß verwendeten Suspensionen keramischer Partikel sind Suspensionen dispergierter keramischer Pulver in geeigneten Lösungsmitteln. Man spricht hier auch von sogenannten keramischen Schlickern. Als Lösungsmittel werden vorzugsweise polare Lösungsmittel verwendet, wobei es sich vorzugsweise um Wasser, Alkohole und deren Mischungen, oder Mischungen aus Wasser mit Alkoholen handelt. Vorzugsweise werden polare Lösungsmittel mit Dielektrizitätszahlen im Bereich zwischen 15 und 85, vorzugsweise im Bereich von 15 bis 20 verwendet.

(10024) Bei den keramischen Partikeln handelt es sich vorzugsweise um oxidkeramische Partikel, insbesondere um Aluminiumoxid (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Partikel und/oder Zirkonoxid(ZirO<sub>2</sub>)-Partikel, oder deren Mischungen. Die Komgrößen der keramischen Partikel liegen vorzugsweise zwischen 1 nm und 100 µm, vorzugsweise zwischen 100 nm und 10 µm. Insbesondere sind die keramischen Partikel in der Suspension in einer Menge zwischen 10 und 90 Gewichtsprozent, vorzugsweise zwischen 40 und 60 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Suspension, enthalten.

[0025] Bei weiteren Ausführungsformen der Erfindung können innerhalb der Suspension mindestens 2 Fraktionen keramischer Partikel mit unterschiedlicher mittlerer Komgröße enthalten sein. Auf diese Weise kann erreicht werden, daß die Dichie des abgeschiedenen Grünkörpers erhöht wird, da die keramischen Partikel mit kleinerer mittlerer Korngröße die Zeischenräume zwischen den keramischen Partikeln mit größerer mittlerer Korngröße zumindest teilweise auffüllen. Bekanntermaßen fölgt die Korngrößenverteilung einer Fraktion keramischer Partikel mit bestimmter mittlerer Korngröße einer Gauss-Verteilung. Dementsprechend sind bei den beschriebenen bevorzugten Ausführun-

5

gen (um in diesem Bild zu bleiben) die zwei oder mehr Gauss-Kurven gegeneinander verschoben.

[0026] Üblicherweise sind noch Bindemittel Bestandteil der Suspension, wobei es sich vorzugsweise um mindestens einen Polyvinylalkohol oder um mindestens ein Polyvinylbutyral handelt. Solche Bindemittel dienen u. a. zur Verbesserung sowohl des Trocknungsverhaltens als auch der Festigkeiten der resultierenden Grünkörper. Die Bindemittel sind in der Suspension, bezogen auf deren Feststoffgehalt vorzugsweise in Mengen zwischen 0,1 und 20 Gewichtsprozent, insbesondere zwischen 0,2 und 10 Gewichtsprozent enthalten.

[0027] Die verwendeten Schlicker zeichnen sich durch Viskositäten im Bereich von 1 mPa·s bis 50 mPa·s, vorzugsweise im Bereich von 3 bis 10 mPa·s bei einer Scherrate von 600 s<sup>-1</sup> aus. Die durch die zugegebene Dispergierhilfe erhaltenen Zeta-Potentiale der Schlicker liegen zwischen ±1 mV und ±100 mV, vorzugsweise zwischen ±30 mV und ±50 mV.

[0028] Der bei der Durchführung des erfindungsgemäßen 20 Verfahrens hergestellte Grünkörper weist vorzugsweise eine durchschnittliche Schichtdicke von 0,2 bis 2 mm, insbesondere von 0,8 bis 1,2 mm auf. Dadurch können nach dem Sinterschnitt die erwünschten Schichtdicken des vollkeramischen Formteils bereitgestellt werden.

[0029] Erfindungsgemäß wird der keramische Grünkörper bei den Temperaturen gesintert, die sich aus den verwendeten Keramikmaterialien ergeben. Vorzugsweise liegt die Sintertemperatur zwischen 1100°C und 1700°C, insbesondere zwischen 1150°C und 1300°C. Vorzugsweise beträgt 30 die Sintertemperatur ca. 1200°C.

[0030] Die Sinterzeit wird ebenfalls z. B. in Abhängigkeit von dem verwendeten Keramikmaterial gewählt. Hier sind bevorzugte Sinterzeiten zwischen 2 und 10 Stunden, insbesondere zwischen 4 und 6 Stunden zu nennen. Bei weiteren 35 bevorzugten Ausführungsformen wird ca. 5 Stunden gesintert

[0031] Um eine homogene Temperaturverteilung im Grünkörper zu erreichen, wird dieser allmählich auf die endgültige Sintertemperatur gebracht. Bevorzugte Aufheizraten 40 betragen hier zwischen 1 und 20°C/min. insbesondere zwischen 5 und 10°C/min. Innerhalb des zuletzt genannten Bereichs sind Aufheizraten zwischen 5 und 7,5°C/min weiter bevorzugt.

Vorzugsweise wird im Sinterschritt bei der Erfin- 45 100321 dung so vorgegangen, daß das Arbeitsmodell zusammen mit dem darauf abgeschiedenen Grünkörper bei Raumtemperatur an Luft getrocknet und dann anschließend in den Ofen überführt wird. Dort wird das Arbeitsmodell zusammen mit dem Grünkörper bis auf ca. 900°C erhitzt, wobei hier eine 50 vergleichsweise geringe Aufheizrate verwendet werden kann. Dieses Aufheizen kann stufenweise erfolgen, wobei Haltezeiten bei den entsprechenden Temperaturen vorgesehen sein können. Durch dieses Erhitzen wird der Grünkörper vorgesintert, wobei das Gipsmaterial des Arbeitsmateri- 55 als schrumpft, da der Gips sein Kristallwasser teilweise verliert. Dann wird das Arbeitsmodell zusammen mit dem Grünkörper kurz aus dem Ofen genommen und der Grünkörper vom Arbeitsmodell entformt. Dies geschieht leicht, da das Arbeitsmodell wie beschrieben geschrumpft ist. 60 Dann wird der vorgesinterte Grünkörper, beispielsweise in Form eines Käppchens wieder in den Ofen gegeben. Dann wird der Ofen, vorzugsweise mit einer vergleichsweise hohen Aufheizrate auf die endgültige Sintertemperatur gebracht und das Formteil fertig gesintert.

[0033] Nach dem Sinterschritt werden durch das erfindungsgemäße Verfahren vollkeramische Formteile mit Dichten von mehr als 90% der theoretischen Dichte, vor-

zugsweise mehr als 95% der theoretischen Dichte bereitgestellt. Solche Vollkeramikteile, beispielsweise in Form eines Käppchens, können dann in üblicher Weise wie ein Metallkäppchen mit Verblendkeramik versehen und gebrannt werden. Auf diese Weise entsteht dann der endgültige Zahnersatz, der beispielsweise in Form einer Krone oder Brücke in den Mund des Patienten eingesetzt wird. Selbstverständlich kann erfindungsgemäß herstellbarer Zahnersatz auch auf dentale Suprakonstruktionen, wie beispielsweise Implantatteile aufgesetzt werden.

[0034] Die Erfindung umfasst weiter ein vollkeramisches Dentalformteil, das durch das beschriebene Verfahren herstellbar ist. Dieses Dentalformteil unterscheidet sich von bekannten Formteilen beispielsweise durch die höhere Passgenauigkeit mit der entsprechenden Grundstruktur, insbesondere dem präparierten Zahnstumpf oder den präparierten Zahnstumpfen.

#### Beispiel

#### Schlickerherstellung mit Aluminiumoxid-Pulver

[0035] Zur Herstellung eines Aluminiumoxid-Schlickers werden zunächst in 100 g deionisiertem Wasser 0,75 g Na<sub>2</sub>P<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10 H<sub>2</sub>O als Dispergierungsmittel zugegeben und durch Rühren mit Hilfe eines Magnetrührers gelöst. Anschließend erfolgt eine portionsweise Zugabe von 100 g Aluminiumoxid-Pulver mit einer Primärpartikelgröße (Partikelgröße in nicht-agglomeriertem Zustand) von ca. 0,6 µm unter ständigem Rühren. Die auf diese Weise erhaltene Suspension wird in einem weiteren Arbeitsschritt durch eine Ultraschallbehandlung mit 20 KHz und einer Leistung von 450 Watt 5 min lang dispergiert. Anschließend werden der Suspension 5 g Polyvinylalkohol zugegeben. Durch eine erneute Ultraschallbehandlung wird der resultierende Keramikschlicker homogenisiert.

Verwendete Chemikalien: Aluminiumoxidpulver CT 3000 SG (Fa. ALCOA; Fa. MERCK); Natriumpyrophosphat-Dekahydrat (Fa. RIEDEL DE HAEN); Polyvinylalkohol, Molekulargewicht 72,000 (Fa. CLARIANT).

#### Schlickerherstellung mit Zirkondioxid-Pulver

[0036] Es werden zu 100 g Ethanol, in dem zuvor 1 g Acetylaceton mit Hilfe eines Magnetrührers gelöst wurden, portionsweise 100 g Zirkonoxid-Pulver unter Rühren zugegeben. Die Primärpartikelgröße (Partikelgröße in nicht-agglomeriertem Zustand) des hierbei verwendeten Zirkondioxid-Pulvers liegt bei ca. 0.6 µm. Zur vollständigen Deagglomeration der hergestellten Suspension erfolgt anschließend eine 5 min andauernde Ultraschallbehandlung. Der resultierenden Suspension werden 5 g Polyvinylbutyral zugesetzt. Eine Homogenisierung des erhaltenen Schlickers erfolgt erneut durch eine Ultraschallbehandlung.

Verwendete Chemikalien: Zirkonoxidpulver SG 15 (Fa. MEL CHEMICALS); Acetylaceton (Fa. RIEDEL DE HAEN); Polyvinylbutyral, Molekulargewicht 70.000 (Fa. CLARIANT).

### Herstellung der vollkeramischen Dentalformteile

[0037] Vom Meistermodell einer Einzelzahnpräparation wird mit Hilfe eines Duplier-Negativmodells ein Arbeitsmodell (Positivmodell) hergestellt. Zu diesem Zweck wird das Negativmodell mit einem Gipsmaterial ausgegossen, das beim Abbinden eine Volumenausdehnung von ca. 10% aufweist. Das Material des Negativmodells lässt aufgrund seiner Elastizität die größere Expansion des Gipses zu. Die

erhöhte Expansion ist derart eingestellt, daß sie den Sinterschrumpf eines gemäß der obigen Vorschrift hergestellten Schlickers aus Alluminiumoxid-Pulver bzw. Zirkonoxid-Pulver kompensiert.

[0038] Der als Arbeitsmodell dienende Gipsstumpf wird mit Leitsilberlack bestrichen und zusammen mit einer Platin-Gegenelektrode in üblicher Weise in den Schlicker eingetaucht. An beiden Elektroden wird eine konstante Spannung von ca. 30 Volt angelegt. Hier sind bevorzugte Bereiche von 5 Volt bis 100 Volt, vorzugsweise zwischen 10 Volt 10 und 30 Volt möglich. Es kann auch so verfahren werden, daß ein konstanter Strom von 10 mA angelegt wird. Hier sind bevorzugte Bereiche zwischen 0,1 mA und 100 mA, vorzugsweise zwischen 0,2 mA und 10 mA möglich. Als Abscheidedauer wird im vorliegenden Fall ein Zeitraum von 20 15 Minuten gewählt. Hier können je nach gewünschter Schichtdicke Abscheidedauern zwischen 1 Minute und 60 Minuten, vorzugsweise zwischen 5 Minuten und 20 Minuten gewählt werden. Im vorliegenden Fall wurde die Abscheidung unter leichtem Rühren durchgeführt, wobei auf 20 diesem Rührvorgang ggf. auch verzichtet werden kann.

[0039] Durch diese elektrophoretische Abscheidung wird ein keramischer Grünkörper enthalten, der zusammen mit dem Arbeitsmodell getrocknet wird. Dann wird in der bereits oben beschriebenen Weise vorgesintert (Aufheizen mit 2°C/min auf 600°C; 1/2 Stunde bei 600°C halten; dann Aufheizen mit 5°C/min auf 900°C; dann 1 Stunde bei 900°C halten) und das Arbeitsmodell vom vorgesinterten Grünkörper entformt. Dieser wird anschließend bei 1200°C knapp 5 Stunden lang gesintert. Es wird eine Aufheizrate von 30 15°C/min. gewählt, um den vorgesinterten Grünkörper auf die endgültige Sintertemperatur zu bringen.

[0040] Das so erhaltene Vollkeramikkäppehen paßt mit hoher Genauigkeit auf das Meistermodell und dementsprechend auch auf die Zahnpräparation. Die Dichte des Käpp- 35 chens liegt bei > 90% der theoretischen Dichte. Außerdem weist das Käppchen keinerlei Risse auf und besitzt eine ansprechende weiße Farbe mit einer gewissen Transluzens.

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung vollkeramischer Dentalformteile wie Kronen, Brücken oder dergleichen, bei
- eine Suspension keramischer Partikel auf ein Modell 45 der Grundstruktur, für die das Dentalformteil vorgesehen ist, aufgebracht wird, und
- der so erhaltene keramische Grünkörper, gegebenenfalls nach Entfernen von dem Modell, gesinten wird,
- die Abmessungen des Modells so gewählt sind, daß der beim Sintern des Grünkörpers eintretende Schrumpf kompensiert wird, um die gewünschte Passung zwischen Dentalformteil und Grundstruktur zu erreichen.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich- 55 net, daß die Abmessungen eines als Positivmodell ausgestalteten Modells, zur Kompensation des Sinterschrumpfs größer sind als die Abmessungen der Grundstruktur.
- 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeich- 60 net, daß das Positivmodell aus einem Material, vorzugsweise auf Basis von Gips, mit einer ausreichenden Abbindeexpansion zur Bereitstellung der größeren Abmessungen hergestellt ist.
- 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeich- 65 net, daß die Volumenausdehnung des Materials für das Positivmodell beim Abbinden zwischen 1% und 25%, vorzugsweise zwischen 3% und 10% beträgt.

5. Verfahren nach einern der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Abmessungen eines Negativmodells, mit dessen Hilfe ein als Positivmodell ausgestaltetes Modell gefertigt wird, zur Kompensation des Sinterschrumpfs größer sind als die Abmessungen der Grundstruktur.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Negativmodell aus einem Material, vorzugsweise einem elastischen Kunststoffmaterial mit einer ausreichenden Abbindeexpansion oder einem ausreichenden Abbindeschrumpf zur Bereitstellung der größeren Abmessungen hergestellt ist.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Volumenänderung des Materials für das Negativmodell zwischen 1% und 25%, vorzugsweise

zwischen 3% und 10 % beträgt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Positivmodell oder das Negativmodell mit den entsprechenden größeren Abmessungen aus Vollmaterial herausgearbeitet wird, vorzugsweise durch sogenanntes CADCAM-Fräsen. 9. Verfahren nach Anspruch 2 oder Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Positivmodell oder das

Negativmodell mit den entsprechenden größeren Abmessungen durch sogenanntes Rapid Prototyping hergestellt ist, vorzugsweise durch Polymerisation einer Kunststoffmonomerlösung mit Laserlicht.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufbringen der Suspension auf das Modell durch elektrophoretische Abscheidung erfolgt.

- 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der keramische Grünkörper eine durchschnittliche Schichtdicke von 0,2 bis 2 mm, vorzugsweise von 0,8 bis 1,2 mm aufweist.
- 12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Grünkörper bei einer Temperatur zwischen 1100°C und 1700°C, vorzugsweise zwischen 1150°G und 1300°C, insbesondere bei ca. 1200°C gesintert wird.
- 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Grünkörper zwischen 2 und 10 Stunden, vorzugsweise zwischen 4 und 6 Stunden, insbesondere ca. 5 Stunden gesintert wird.
- 14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Grünkörper mit einer Aufheizrate zwischen 1 und 20°C/min. vorzugsweise zwischen 5 und 10°C/min. insbesondere zwischen 5 und 7,5°C/min auf die Sintertemperatur gebracht wird.
- 15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Grünkörper zusammen mit dem Modell, vorzugsweise nach Trocknung bei Raumtemperatur an Luft, zunächst mit einer vergleichsweise geringen Aufheizrate auf eine erste Temperatur, insbesondere ca. 900°C erhitzt, dann vom Modell entformt und dann mit einer höheren Aufheizrate auf eine zweite Temperatur, die höher ist als die erste Temperatur, insbesondere ca. 1200°C, erhitzt und fertig gesintert wird.
- 16. Vollkeramisches Dentalformteil, herstellbar durch das Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü-

## - Leerseite